

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 04-331758

(43)Date of publication of application : 19.11.1992

(51)Int.Cl.

C04B 35/00

B28B 3/20

C04B 35/00

(21)Application number : 03-098616

(71)Applicant : MURATA MFG CO LTD

(22)Date of filing : 30.04.1991

(72)Inventor : TANIGUCHI YASUYUKI

KIDA MASATAKA

## (54) PRODUCTION OF FORMED CERAMIC ARTICLE

## (57)Abstract:

PURPOSE: To provide a formed ceramic article giving a sintered ceramic having high formed density and free from void of  $\geq 20\mu\text{m}$  diameter.

CONSTITUTION: An aqueous solution of a cellulose derivative having a concentration of as low as  $\leq 5\%$  is prepared beforehand. The aqueous solution is filtered before or after dispersing ceramic powder in the solution to remove insoluble matters coarser than  $5\mu\text{m}$ . The slurry obtained by dispersing ceramic powder in the aqueous solution is dried by heating to obtain powder having a water- content of  $\leq 5\%$  and particle diameter of  $\leq 3\mu\text{m}$ . The powder is extrusion-molded to obtain the subject formed article.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平4-331758

(43) 公開日 平成4年(1992)11月19日

(51) Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 4 B 35/00		E 8924-4G		
B 2 8 B 3/20		K 7224-4G		
C 0 4 B 35/00	1 0 8	8924-4G		

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全 3 頁)

(21) 出願番号	特願平3-98616	(71) 出願人	000006231 株式会社村田製作所 京都府長岡京市天神二丁目26番10号
(22) 出願日	平成3年(1991)4月30日	(72) 発明者	谷口 康幸 京都府長岡京市天神二丁目26番10号 株式 会社村田製作所内
		(72) 発明者	木田 雅隆 京都府長岡京市天神二丁目26番10号 株式 会社村田製作所内
		(74) 代理人	弁理士 青山 葆 (外1名)

(54) 【発明の名称】 セラミック成形体の製造方法

(57) 【要約】

【目的】 成形密度が高く、直径20 $\mu$ m以上の空孔のないセラミック焼結体を得られるセラミック成形体を得ること。

【構成】 5%以下の低濃度のセルローズ誘導体の水溶液を調製し、該水溶液にセラミック粉末を分散させる前若しくは分散させた後、水溶液を濾過して5 $\mu$ mを超える不溶性物質を除去し、前記水溶液にセラミック粉末を分散させて調製したスラリーを加熱乾燥して水分率5%以下、粒径3mm以下の粉体を得、これ押し出し成形する。

1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 5%以下の低濃度のセルロース誘導体の水溶液を調製し、該水溶液にセラミック粉末を分散させる前若しくは分散させた後、水溶液を濾過して5 $\mu$ mを超える不溶性物質を除去し、前記水溶液にセラミック粉末を分散させて調製したスラリーを加熱乾燥して水分率5%以下、粒径3mm以下の粉体を得、これを押し出し成形することを特徴とするセラミック成形体の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明はセラミック成形体の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 一般に、セラミック成形体を製造する場合、バインダとしてセルロース誘導体を用い、このバインダとセラミック粉末とを乾式混合した後、水と可塑剤を加えて混練し、押し出し成形する方法が採用されている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、セルロース誘導体中には水に不溶な繊維状の物質、即ち、セルロースが多数含まれているため、セラミック成形体を焼成すると、成形体中のセルロースが消失し、その部位に数十～数百 $\mu$ m径の巨大な空孔が形成され、機械的強度の低下や電気的特性の劣化をもたらすという問題があった。しかも、セルロース誘導体の粒径がセラミック粉末の粒径0.5～10 $\mu$ mに比べて極めて大きいことと乾式混合であることが相俟って、均一に混合されず、成形密度が低くなるという問題があった。

【0004】 従って、本発明は、成形密度が高く、巨大な空孔の無いセラミック焼結体の製造を可能にするセラミック成形体を得ることを課題とするものである。

【0005】

【課題を解決するための手段】 本発明は、前記課題を解決するための手段として、5%以下の低濃度のセルロース誘導体の水溶液を調製し、該水溶液にセラミック粉末を分散させる前若しくは分散させた後、水溶液を濾過して5 $\mu$ mを超える不溶性物質を除去し、前記水溶液にセラミック粉末を分散させて調製したスラリーを加熱乾燥して水分率5%以下、粒径3mm以下の粉体を得、これを押し出し成形するようにしたものである。

【0006】

【作用】 セルロース誘導体を水に溶解させて5%以下の低濃度にする、セルロース誘導体の分子がブロック化

2

することなく均質な水溶液となり、これを粒子保持能力5 $\mu$ m以下のフィルタで濾過すると、セルロース誘導体中の水に不溶な大径の繊維状物質が除去される。このセルロース誘導体水溶液にセラミック粉末を分散させると、セラミック粉末が均一に分散され、これを適当な手段、例えば、噴霧乾燥法により乾燥させると、セルロース等の巨大粒径の不溶性物質を含まない均質な二次粒子が得られ、これが成形密度の向上と焼結体中の大径の空孔の形成の防止に寄与する。

10 【0007】 セルロース誘導体の水溶液の濃度を5%以下としたのは、水溶液濃度が5%を超えると、均質な水溶液の生成が困難となるだけでなく、濾過が困難となるからである。

【0008】 以下、本発明の実施例について説明する。

【0009】 カルボキシメチルセルロース4重量部を水100重量部に加え、十分に攪拌して4%のカルボキシメチルセルロース水溶液を調製し、この水溶液のカルボキシメチルセルロース4重量部に対してチタン酸ジルコン酸鉛（以下、PZTと記す。）の仮焼粉末100重量部

20 部の割合となるように前記水溶液とPZT粉末とを混合してスラリーを調製する。このスラリーをスプレードライヤーで乾燥させ、水分率5%以下、平均粒径50 $\mu$ m以下の二次粒子からなる粉体を得る。この粉体にグリセリン6重量部を加え3本ロールにて混練した後、真空押し出し形成してセラミックグリーンシートを得、これをフィルムドライヤーで乾燥させる。乾燥シートを30mm角のチップに打ち抜き、600℃で2時間加熱して脱脂した後、97%アルミナさやに入れ、1200℃で3時間焼成を行い、0.5mm厚のセラミック基板を得る。

30 【0010】 乾燥シートの成形密度、焼結体内部の巨大空孔及び微小空孔、焼結密度および抗折強度について測定した結果を表1に示す。比較のため、実施例で用いたものと同じカルボキシメチルセルロースおよびPZT粉末を用い、従来法により製造した場合の結果についても表1に示す。

【0011】 なお、抗折強度は3点曲げ試験法により測定し、焼成体内部の巨大空孔の評価は、セラミック基板の表面を耐水ペーパー（1000番）で0.1mm研磨し、金属顕微鏡で単位面積当たりの20 $\mu$ m径以上の空孔数をカウントすることにより行った。また、焼成体内部の微小空孔（10 $\mu$ m径以下）の評価は、セラミック基板を鏡面研磨加工し、画像解析装置によりボア面積比を測定することにより行った。

【0012】

【表1】

	本発明	従来法
成形密度 (g/cm <sup>3</sup> )	5.0	4.5
焼結密度 (g/cm <sup>3</sup> )	7.93	7.88
抗折強度 (kg/cm <sup>2</sup> )	1.256	1.175
焼結体内部巨大空孔 (個/cm <sup>2</sup> )	0	9

<sup>3</sup>		<sup>4</sup>
焼結体内部微小空孔(%)	2.03	2.38

【0013】表1に示す結果から明らかなように、本発明方法に係る成形体は、従来法のものに比べて約10%高い成形密度を示すと共に、それを焼成したものは、焼結体内部の巨大空孔が皆無となり、また、微小空孔も減少する他、約7%高い抗折強度および0.6%高い焼結密度を示す。

#### 【0014】

【発明の効果】以上の説明から明らかなように、本発明によれば、成形密度が高く、焼成後のセラミック焼結体に20 $\mu$ m径以上の巨大空孔のないセラミック成形体を得ることができるなど優れた効果が得られる。